

**Bibliographic Fields****Document Identity**

(19)【発行国】 (19) [Publication Office]  
 日本国特許庁 (JP) Japan Patent Office (JP)

(12)【公報種別】 (12) [Kind of Document]  
 公開特許公報 (A) Unexamined Patent Publication (A)

(11)【公開番号】 (11) [Publication Number of Unexamined Application]  
 特開2001-72754 (P2001-72754A) Japan Unexamined Patent Publication 2001 - 72754 (P2001 - 72754A )

(43)【公開日】 (43) [Publication Date of Unexamined Application]  
 平成13年3月21日 (2001. 3. 21) Heisei 13 year March 21 day (2001.3 . 21)

**Public Availability**

(43)【公開日】 (43) [Publication Date of Unexamined Application]  
 平成13年3月21日 (2001. 3. 21) Heisei 13 year March 21 day (2001.3 . 21)

**Technical**

(54)【発明の名称】 (54) [Title of Invention]  
 ポリエステルの製造方法 MANUFACTURING METHOD OF POLYESTER

(51)【国際特許分類第7版】 (51) [International Patent Classification, 7th Edition]  
 C08G 63/88 C08G 63/88

63/183 63/183

【FI】 [FI]

C08G 63/88 C08G 63/88

63/183 63/183

【請求項の数】 [Number of Claims]  
 10 10

【出願形態】 [Form of Application]  
 OL OL

【全頁数】 [Number of Pages in Document]  
 10 10

【テーマコード(参考)】 [Theme Code (For Reference)]  
 4J029 4 J029

【F ターム(参考)】 [F Term (For Reference)]  
 4J029 AA01 AA03 AB07 AC01 AD01 AE01 BA 03 CB06A  
 BA03 CB06A CC05A KH03 KH08 LB05 CC05A KH03 KH08 LB05

**Filing**

【審査請求】 [Request for Examination]

有

Possession

(21)【出願番号】  
特願平11-254577

(21) [Application Number]

Japan Patent Application Hei 11 - 254577

(22)【出願日】  
平成11年9月8日(1999. 9. 8)

(22) [Application Date]

1999 September 8 days (1999.9 . 8)

**Parties****Applicants**

(71)【出願人】  
 【識別番号】  
 000003160  
 【氏名又は名称】  
 東洋紡績株式会社  
 【住所又は居所】  
 大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

(71) [Applicant]  
 [Identification Number]  
 3,160  
 [Name]  
 TOYOB CO. LTD. (DB 69-053-8160 )  
 [Address]  
 Osaka Prefecture Osaka City Kita-ku Dojimahama 2-2-8

**Inventors**

(72)【発明者】  
 【氏名】  
 原 厚  
 【住所又は居所】  
 滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72) [Inventor]  
 [Name]  
 Field thick  
 [Address]  
 Inside of Shiga Prefecture Otsu City Katada 2-1-1 Toyobo Co. Ltd. (DB 69-053-8160 ) Central Research Laboratory

(72)【発明者】  
 【氏名】  
 松井 義直  
 【住所又は居所】  
 滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72) [Inventor]  
 [Name]  
 Matsui Yoshinao  
 [Address]  
 Inside of Shiga Prefecture Otsu City Katada 2-1-1 Toyobo Co. Ltd. (DB 69-053-8160 ) Central Research Laboratory

(72)【発明者】  
 【氏名】  
 山内 一城  
 【住所又は居所】  
 山口県岩国市灘町1番1号 東洋紡績株式会社  
 岩国工場内

(72) [Inventor]  
 [Name]  
 A Yamauchi city  
 [Address]  
 Inside of Yamaguchi Prefecture Iwakuni City Nada-machi 1-1 Toyobo Co. Ltd. (DB 69-053-8160 ) Iwakuni Works

(72)【発明者】  
 【氏名】  
 木村 修武

(72) [Inventor]  
 [Name]  
 Kimura Osamu

## 【住所又は居所】

滋賀県大津市赤尾町26番21号

**Abstract**

## (57)【要約】

## 【課題】

ボトルの透明性や口栓部結晶化が良好で、成形時での金型汚れを発生させにくいポリエスチルを提供すること。

## 【解決手段】

ポリエスチルチップ及び処理水を処理槽に供給してポリエスチルチップを水処理するポリエスチルの製造方法において、処理槽から処理水と共にポリエスチルチップを排出させ、次いで該ポリエスチルチップから該処理水を分離処理してチップ付着水を10重量%以下に低減させて乾燥工程に送ることを特徴とする。

**Claims**

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

処理層中でポリエスチルチップを水処理した後、ポリエスチルチップと処理水を分離処理した後、ポリエスチルチップを乾燥させるポリエスチルの製造方法において、乾燥工程に送られるポリエスチルチップの付着水を10重量%以下に低減させて乾燥工程に送ることを特徴とするポリエスチルの製造方法。

## 【請求項2】

請求項1に記載のポリエスチルの製造方法であって、処理槽から排出された処理水の少なくとも一部を処理槽に戻して繰り返し使用することを特徴とするポリエスチルの製造方法。

## 【請求項3】

請求項1に記載のポリエスチルの製造方法であって、処理槽から排出された処理水を処理槽に戻さずに排出することを特徴とするポリエスチルの製造方法。

## 【請求項4】

ポリエスチルチップを、処理槽に継続的に、または間欠的に供給し、抜き出すことを特徴とする請求項1、2、3に記載のポリエスチルの製造方法。

## 【請求項5】

## [Address]

Shiga Prefecture Otsu City Akao-cho 26-21 number

## (57) [Abstract]

## [Problems to be Solved by the Invention]

transparency and mouth part crystallization of bottle being satisfactory, generating mold fouling when forming, offer difficult polyester.

## [Means to Solve the Problems]

Supplying polyester chip and treated water to treatment tank, with treated water discharging polyester chip from treatment tank in manufacturing method of polyester which water treatment does polyester chip, separation doing said treated water next from the said polyester chip, decreasing chip deposited water in 10 weight % or less, you send to drying process, it makes feature.

## [Claim(s)]

## [Claim 1]

After water treatment doing polyester chip in treated layer, after separation doing polyester chip and treated water, decreasing deposited water of polyester chip which is sent to drying process in manufacturing method of polyester which dries polyester chip, in 10 weight % or less, manufacturing method. of polyester which you send to drying process and make feature

## [Claim 2]

With manufacturing method of polyester which is stated in Claim 1, treated water which is discharged from treatment tank resetting part to treatment tank at least, manufacturing method. of polyester which repetitive use it does and makes feature

## [Claim 3]

With manufacturing method of polyester which is stated in Claim 1, without resetting treated water which is discharged from treatment tank to treatment tank, it discharges, manufacturing method. of polyester which is made feature

## [Claim 4]

manufacturing method. of polyester which is stated in Claim 1, 2, 3 where polyester chip, or intermittently it supplies to continual, to treatment tank, extracts and makes feature

## [Claim 5]

ポリエステルチップの全量を処理層に充填し、水処理終了後ポリエステルチップの全量を抜き出すことを特徴とした請求項 1、2、3 に記載のポリエステルの製造方法

#### 【請求項 6】

処理槽からの処理水の排出および排出した処理水の処理槽への戻りが継続的、または間欠的であることを特徴とする請求項 2 に記載のポリエステルの製造方法。

#### 【請求項 7】

分離処理装置から排出されたファインを含有する処理水を、ベルトフィルター方式の濾過装置により濾過することによりファインを除去した後、処理槽に戻して繰り返し使用することを特徴とする請求項 1、2、3、4、5 又は 6 記載のポリエステルの製造方法。

#### 【請求項 8】

分離処理装置から排出されたファインを含有する処理水を、バグフィルター方式の濾過装置により濾過することによりファインを除去した後、処理槽に戻して繰り返し使用することを特徴とする請求項 1、2、3、4、5 又は 6 記載のポリエステルの製造方法。

#### 【請求項 9】

ポリエステルが、極限粘度 0.55~1.30 デシリットル/グラムの主たる繰り返し単位がエチレンテレフタレートから構成されるポリエステルであることを特徴とする請求項 1、2、3、4、5、6、7 又は 8 記載のポリエステルの製造方法。

#### 【請求項 10】

ポリエステルが、主たる繰り返し単位がエチレンナフタレートから構成されるポリエステルであることを特徴とする請求項 1、2、3、4、5、6、7 又は 8 記載のポリエステルの製造方法。

#### Specification

##### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

##### 【発明の属する技術分野】

本発明は、ボトルをはじめとして、フィルム、シート成形用などに用いられるポリエステルの製造方法に関し、さらに詳しくは、成形品の透明性および結晶化コントロール性に優れ、成形時に金型汚れが発生しにくいポリエステルの製造方法に関する。

manufacturing method of polyester which is stated in Claim 1、2, 3 where total amount of polyester chip it is filled in treated layer, after water treatment ending extracts the total amount of polyester chip and makes feature

##### [Claim 6]

Return to treatment tank of treated water which it discharges and discharges and of treated water from treatment tank are continual, or intermittent and manufacturing method。 of polyester which is stated in Claim 2 which is made feature

##### [Claim 7]

After removing fine by filtering treated water which contains the fine which is discharged from separation device, due to filtration apparatus of belt filter system, resetting to treatment tank, manufacturing method。 of polyester which is stated in Claim 1、2、3, 4、5 or 6 which repetitive use it does and makes feature

##### [Claim 8]

After removing fine by filtering treated water which contains the fine which is discharged from separation device, due to filtration apparatus of bag filter system, resetting to treatment tank, manufacturing method。 of polyester which is stated in Claim 1、2、3, 4、5 or 6 which repetitive use it does and makes feature

##### [Claim 9]

polyester, is polyester where main repeat unit of intrinsic viscosity 0.55~1.30 deciliter/gram is formed from ethylene terephthalate and manufacturing method。 of polyester which is stated in Claim 1、2、3, 4、5, 6、7 or 8 which is made feature

##### [Claim 10]

polyester, is polyester where main repeat unit is formed from ethylene naphthalate and manufacturing method。 of polyester which is stated in Claim 1、2、3, 4、5, 6、7 or 8 which is made feature

##### 【Description of the Invention】

##### 【0001】

##### 【Technological Field of Invention】

As for this invention, it regards manufacturing method of polyester which is used for one for film、sheet molding etc with bottle as beginning, furthermore details are superior in transparency and crystallization control characteristic of molded article, when forming regard manufacturing method of polyester which mold fouling is difficult to occur.

[0002]

## 【従来の技術】

ポリエチレンテレフタレートなどのポリエステルは、機械的性質及び化学的性質が共に優れているため、工業的価値が高く、繊維、フィルム、シート、ボトルなどとして広く使用されている。

[0003]

調味料、油、飲料、化粧品、洗剤などの容器の素材としては、充填内容物の種類およびその使用目的に応じて種々の樹脂が採用されている。

[0004]

これらのうちでポリエステルは機械的強度、耐熱性、透明性およびガスバリアー性に優れないので、特にジュース、清涼飲料、炭酸飲料などの飲料充填用容器の素材として最適である。

[0005]

このようなポリエステルは射出成形機械などの成形機に供給して中空成形体用プリフォームを成形し、このプリフォームを所定形状の金型に挿入し延伸ブロー成形した後ボトルの胴部を熱処理(ヒートセット)して中空成形容器に成形され、さらには必要に応じてボトルの口栓部を熱処理(口栓部結晶化)させるのが一般的である。

ところが、従来のポリエステルには、環状三量体などのオリゴマー類が含まれており、このオリゴマー類が金型内面や金型のガスの排気口、排気管に付着することによる金型汚れが発生しやすかった。

[0006]

また、ポリエステルは、副生物であるアセトアルデヒドを含有する。

ポリエステル中のアセトアルデヒド含量が多い場合には、これから成形された容器やその他包装等の材質中のアセトアルデヒド含量も多くなり、該容器等に充填された飲料等の風味や臭いに影響を及ぼす。

したがって、従来よりポリエステル中のアセトアルデヒド含量を低減させるために種々の方策が採られてきた。

[0007]

近年、ポリエチレンテレフタレートを中心とするポリエステル製容器は、ミネラルウォーターやウーロン茶等の低フレーバー飲料用の容器として使用され

[0002]

## [Prior Art]

As for polyethylene terephthalate or other polyester, because mechanical property and chemical property are superiortogether, industrial value is high, is used widely as fiber, film, sheet, bottle etc.

[0003]

As material of flavoring, oil, beverage, cosmetics, detergent or other container, various resin is adopted according to types and its use objective of fullness contents.

[0004]

Because among these polyester is superior in mechanical strength, heat resistance, transparency and gas barrier property,it is a optimum as material of container for especially juice, cooled beverage, carbonated beverage or other beverage filling.

[0005]

As for this kind of polyester supplying to injection molding machine or other molding machine, preform for the hollow molded article it forms, inserts this preform in mold of specified shape and the drawing blow molding after doing, thermal processing it does shank part of bottle and formsin (heat set ) hollow molding container, furthermore thermal processing mouth part of the according to need bottle (mouth part crystallization ) it is general to do.

However, annular trimer or other oligomers was included by conventional polyester , mold fouling was easy tooccur by fact that this oligomers deposits in air outlet、 exhaust pipe of gas of mold inside surface and mold.

[0006]

In addition, polyester contains acetaldehyde which is a by-product.

When acetaldehyde content in polyester is many, container which formed from nowon and in addition also acetaldehyde content in packing or other material becomes many,beverage or other flavor which is filled in said container etc and is ill-smelling exertsinfluence.

Therefore, from until recently various measure was taken in order todecrease acetaldehyde content in polyester.

[0007]

Recently, polyester container which designates polyethylene terephthalate as center reachedpoint where it is used as container for mineral water and oolong tea or other low flavor

るようになってきた。

このような飲料の場合は、一般にこれらの飲料を熱充填したりまたは充填後加熱して殺菌されるが、飲料容器のアセトアルデヒド含量の低減だけではこれらの内容物の風味や臭いが改善されないことがわかつてき。

#### 【0008】

また、飲料用金属缶については、工程簡略化、衛生性、公害防止等の目的から、その内面にエチレンテレフタレートを主たる繰り返し単位とするポリエスチルフィルムを被覆した金属板を利用して製缶する方法が採られるようになってきた。

この場合にも、内容物を充填後高温で加熱殺菌されるが、この際アセトアルデヒド含量の低いフィルムを使用しても内容物の風味や臭いが改善されないことが分かつてき。

#### 【0009】

このような問題点を解決する方法として、特開平3-47830号にはポリエチレンテレフタレートを水処理する方法が開示されている。

#### 【0010】

しかし、水処理の段階において、ポリエスチルチップに付着しているファイン(樹脂微粉末)が処理水に浮遊、沈殿し処理槽壁や配管壁に付着して、配管を詰まらせたり、処理槽や配管の洗浄を困難にさせる等の問題が生じた。

#### 【0011】

また処理水に浮遊、沈殿し処理槽壁や配管壁に付着したファインがポリエスチルチップに再度付着して、成形時での結晶化が促進され、透明性の悪いボトルとなり、また口栓部結晶化後の口栓部寸法が規格に合わなくなってキャッピング不良となる問題等が生じた。

#### 【0012】

さらには、次の工程へポリエスチルを供給するため水処理後に乾燥を行ってチップの含有水分を約0.1重量%以下にすることが必要であるが、乾燥工程に入る前のポリエスチルチップの表面付着水分が多い場合には、乾燥処理等の工程においてポリエスチルに結晶化促進効果が過度に付与されるため、得られたボトルの透明性が非常に悪くなる。

beverage.

In case of this kind of beverage, generally hot filling doing or afterbeing filled heating these beverage and/or and/or sterilization it is done, but with just decrease of acetaldehyde content of beverage container flavor of these contents and is ill-smelling, but it is not improved youunderstood.

#### 【0008】

In addition, it reached point where method which can manufacture isdone is taken from process shortening, hygiene, pollution prevention or other objective, making use of metal sheet which covered polyester film which designates ethylene terephthalate as main repeat unit in inside surface concerning metal can for beverage.

In this case, contents after being filled heat sterilization is done with the high temperature, but in this case using film where acetaldehyde content is low, the flavor of contents and it is ill-smelling, but it is not improved you understood.

#### 【0009】

method which water treatment does polyethylene terephthalate to Japan Unexamined Patent Publication Hei 3-47830 number as the method which solves this kind of problem, is disclosed.

#### 【0010】

But, or other problem where fine (resin fine powder ) which has deposited in polyester chip in step of water treatment, to treated water floats, precipitates and depositsin treatment tank wall, and pipe wall can plug pipe, makeswashing treatment tank and pipe difficult occurred.

#### 【0011】

In addition to treated water it floated and precipitated and fine which deposits in treatment tank wall and pipe wall depositing for thesecond time in polyester chip, crystallization when forming was promoted, became bottle where transparency is bad, in addition mouth part dimension after the mouth part crystallization stopped being agreeable to standard and problem etc whichbecomes capping defect occurred.

#### 【0012】

Furthermore, in order to supply polyester to following step,drying after water treatment, it designates contained water of chip asapproximately 0.1 weight % or less, it is necessary , but when beforeentering into drying process, surface deposition moisture of polyester chip is many,because crystallization promotion effect is granted to polyester excessively in drying or other step, transparency of bottle which it acquires becomes very bad.

## [0013]

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、前記の従来技術の問題点を解決することにあり、ボトルの透明性や口栓部結晶化が良好で、成形時での金型汚れを発生させにくいポリエステルを提供することを目的としている。

## [0014]

## 【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、本発明のポリエステルの製造方法は、処理層中でポリエステルチップを水処理した後、ポリエステルチップと処理水を分離処理した後、ポリエステルチップを乾燥させるポリエステルの製造方法において、乾燥工程に送られるポリエステルチップの付着水を10重量%以下に低減させて乾燥工程に送ることを特徴とするポリエステルの製造方法である。

## [0015]

本発明では、処理槽から排出された処理水の少なくとも一部を処理槽に戻して繰り返し使用することができる。

本発明では、処理槽から排出された処理水を処理槽に戻さずに排出することができる。

本発明では、ポリエステルチップを、処理槽に継続的に、または間欠的に供給し、抜き出すことができる。

## [0016]

本発明では、ポリエステルチップの全量を処理層に充填し、水処理終了後ポリエステルチップの全量を抜き出すことができる。

本発明では、処理槽からの処理水の排出および排出した処理水の処理槽への戻りが継続的、または間欠的であることができる。

## [0017]

本発明では、分離処理装置から排出されたファインを含有する処理水を、ベルトフィルター方式の濾過装置により濾過することによりファインを除去した後、処理槽に戻して繰り返し使用することができる。

## [0018]

本発明では、分離処理装置から排出されたファインを含有する処理水を、バグフィルター方式

## [0013]

## [Problems to be Solved by the Invention]

As for this invention, there are times when problem of aforementioned Prior Art is solved, transparency and mouth part crystallization of bottle are satisfactory, generating mold fouling when forming, it offers the difficult polyester it has made objective.

## [0014]

## [Means to Solve the Problems]

In order to achieve above-mentioned objective, it is a manufacturing method of the polyester which as for manufacturing method of polyester of this invention, after the water treatment doing polyester chip in treated layer, after separation doing polyester chip and treated water, decreasing deposited water of polyester chip which is sent to the drying process in manufacturing method of polyester which dries polyester chip, in 10 weight % or less, you send to drying process and make feature.

## [0015]

With this invention treated water which is discharged from treatment tank resetting part to treatment tank at least, repetitive use is possible.

With this invention, without resetting treated water which is discharged from treatment tank to treatment tank it can discharge.

With this invention, polyester chip, or intermittently it supplies to continual, to treatment tank, extracts it is possible.

## [0016]

With this invention, total amount of polyester chip it is filled in treated layer, after water treatment ending extracts total amount of polyester chip it is possible.

With this invention, return to treatment tank of treated water which it discharges and discharges and of treated water from treatment tank are the continual, or intermittent, it is possible.

## [0017]

With this invention after removing fine by filtering treated water which contains fine which is discharged from separation device, due to filtration apparatus of belt filter system, resetting to treatment tank, repetitive use is possible.

## [0018]

With this invention after removing fine by filtering treated water which contains fine which is discharged from separation

の濾過装置により濾過することによりファインを除去した後、処理槽に戻して繰り返し使用することができる。

#### 【0019】

本発明では、ポリエステルが、極限粘度 0.55~1.30 デシリットル/グラムの主たる繰り返し単位がエチレンテレフタレートから構成されるポリエステルであることができる。

。

本発明では、ポリエステルが、主たる繰り返し単位がエチレンナフタレートから構成されるポリエステルであることができる。

#### 【0020】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明のポリエステルの製造方法の実施の形態を具体的に説明する。

本発明に用いられるポリエステルは、好ましくは、主として芳香族ジカルボン酸成分とグリコール成分とから得られる結晶性ポリエステルであり、さらに好ましくは、芳香族ジカルボン酸単位が酸成分の 85 モル%以上含むポリエステルであり、特に好ましくは、芳香族ジカルボン酸単位が酸成分の 95 モル%以上含むポリエステルである。

#### 【0021】

本発明に用いられるポリエステルを構成する芳香族ジカルボン酸成分としては、テレフタル酸、2、6-ナフタレンジカルボン酸、ジフェニル-4,4'-ジカルボン酸、ジフェノキシエタンジカルボン酸等の芳香族ジカルボン酸及びその機能的誘導体等が挙げられる。

#### 【0022】

また本発明に用いられるポリエステルを構成するグリコール成分としては、エチレングリコール、トリメチレングリコール、テトラメチレングリコール、シクロヘキサンジメタノール等の脂環族グリコール等が挙げられる。

前記ポリエステル中に共重合して使用される酸成分としては、テレフタル酸、2、6-ナフタレンジカルボン酸、イソフタル酸、ジフェニル-4,4'-ジカルボン酸、ジフェノキシエタンジカルボン酸等の芳香族ジカルボン酸、p-オキシ安息香酸、オキシカプロン酸等のオキシ酸及びその機能的誘導体、アジピン酸、セバシン酸、コハク酸、グルタル酸、ダイマ-酸等の脂肪族ジカルボン酸及びその機能的誘導体、ヘキサヒドロテレフタル酸、

device, due to filtration apparatus of bag filter system, resetting to treatment tank, repetitive use is possible.

#### 【0019】

With this invention, polyester, is polyester where main repeat unit of the intrinsic viscosity 0.55~1.30 deciliter/gram is formed from ethylene terephthalate, it is possible .

With this invention, polyester, is polyester where main repeat unit is formed from ethylene naphthalate, it is possible .

#### 【0020】

##### 【Embodiment of the Invention】

Below, embodiment of manufacturing method of polyester of this invention is explained concretely.

As for polyester which is used for this invention, with crystalline polyester which is acquired from aromatic dicarboxylic acid component and glycol component mainly preferably, furthermore preferably, aromatic dicarboxylic acid unit 85 mole % or more of acid component with polyester which is included, particularly preferably, aromatic dicarboxylic acid unit 95 mole % or more of acid component is polyester which is included.

#### 【0021】

You can list terephthalic acid, 2, 6-naphthalenedicarboxylic acid, diphenyl-4,4'-dicarboxylic acid, diphenoxyl ethane dicarboxylic acid or other aromatic dicarboxylic acid and its functional derivative etc as aromatic dicarboxylic acid component which forms polyester which is used for this invention.

#### 【0022】

In addition you can list ethyleneglycol, trimethylene glycol, tetramethylene glycol, cyclohexane dimethanol or other cycloaliphatic glycol etc as glycol component which forms the polyester which is used for this invention.

Copolymerizing in aforementioned polyester, you can list terephthalic acid, 2, 6-naphthalenedicarboxylic acid, isophthalic acid, diphenyl-4,4'-dicarboxylic acid, diphenoxyl ethane dicarboxylic acid or other aromatic dicarboxylic acid, p-hydroxybenzoic acid, hydroxycaprylic acid or other oxyacid and its functional derivative, adipic acid, sebacic acid, succinic acid, glutaric acid, dimer acid or other aliphatic dicarboxylic acid and its functional derivative, hexahydroterephthalic acid,

ヘキサヒドロイソフルタル酸、シクロヘキサンジカルボン酸等の脂環族ジカルボン酸及びその機能的誘導体などが挙げられる。

## 【0023】

前記ポリエステル中に共重合して使用されるグリコール成分としては、エチレングリコール、トリメチレングリコール、テトラメチレングリコール、ジエチレングリコール、ネオペンチルグリコール等の脂肪族グリコール、ビスフェノール A、ビスフェノール A のアルキレンオキサイド付加物等の芳香族グリコール、ポリエチレングリコール、ポリブチレングリコール等のポリアルキレングリコールなどが挙げられる。

## 【0024】

さらにポリエステルが実質的に線状である範囲内で多官能化合物、例えばトリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸、トリカルバリル酸、グリセリン、ペントエリスリトール、トリメチロールプロパン等を共重合してもよく、また単官能化合物、例えば安息香酸、ナフトエ酸等を共重合させてもよい。

## 【0025】

本発明に用いられるポリエステルの好ましい一例は、主たる繰り返し単位がエチレンテレフタレートから構成されるポリエステルであり、さらに好ましくはエチレンテレフタレート単位を 85 モル%以上含む線状ポリエステルであり、特に好ましいのはエチレンテレフタレート単位を 95 モル%以上含む線状ポリエステル、即ち、ポリエチレンテレフタレート(以下、PET と略称)である。

## 【0026】

また本発明に用いられるポリエステルの好ましい他の一例は、主たる繰り返し単位がエチレン-2、6-ナフタレートから構成されるポリエステルであり、さらに好ましくはエチレン-2、6-ナフタレート単位を 85 モル%以上含む線状ポリエステルであり、特に好ましいのは、エチレン-2、6-ナフタレート単位を 95 モル%以上含む線状ポリエステル、即ち、ポリエチレンナフタレートである。

## 【0027】

上記のポリエステルは、従来公知の製造方法によって製造することが出来る。

即ち、PET の場合には、テレフタル酸とエチレングリコール及び必要により他の共重合成分を直接反応させて水を留去しエステル化した後、減圧下に重縮合を行う直接エステル化法、または、テレフタル酸ジメチルとエチレングリコール

hexahydroisophthalic acid、cyclohexane dicarboxylic acid or other cycloaliphatic dicarboxylic acid and its functional derivative etc as the acid component which is used.

## [0023]

Copolymerizing in aforementioned polyester, you can list ethyleneglycol、trimethylene glycol、tetramethylene glycol、diethylene glycol and alkylene oxide adduct or other aromatic glycol、polyethylene glycol、polybutylene Glico of neopentyl glycol or other aliphatic glycol、bisphenol A、bisphenol A - Lu or other polyalkylene glycol etc as the glycol component which is used.

## [0024]

Furthermore it is possible to copolymerize polyfunctional compound、for example trimellitic acid、trimesic acid、pyromellitic acid、tri carboxyl acid、glycerine、pentaerythritol、trimethylolpropane etc inside therange where polyester is linear state substantially, in addition to copolymerize monofunctional chemical compound and for example benzoic acid、naphthoic acid etc ispossible.

## [0025]

As for one example where polyester being used for this invention isdesirable, with polyester where main repeat unit is formed from the ethylene terephthalate, furthermore with linear polyester which 85 mole % or more includes preferably ethylene terephthalate unit, as for especially being desirable it is a linear polyester、namely polyethylene terephthalate (Below, PET and abbreviation) which 95 mole % or more includes ethylene terephthalate unit.

## [0026]

In addition as for other one example where polyester which is used for this invention is desirable, with polyester where main repeat unit is formedfrom ethylene-2, 6-naphthalate, furthermore with linear polyester which 85 mole % or more includes the preferably ethylene-2, 6-naphthalate unit, as for especially being desirable, it is a linear polyester、namely a polyethylene naphthalate which 95 mole % or more include ethylene-2, 6-naphthalate unit.

## [0027]

Produces above-mentioned polyester, is possible with manufacturing method of prior public knowledge.

Namely, in case of PET, other copolymer component reacting directly with terephthalic acid, and ethyleneglycol and necessity to remove water and theother copolymer component reacting esterification after doing, with direct esterification、, or the dimethyl terephthalate and ethyleneglycol and necessity

及び必要により他の共重合成分を反応させてメチルアルコールを留去しエステル交換させた後、減圧下に重縮合を行うエステル交換法により製造される。

更に極限粘度を増大させ、アセトアルデヒド含量等を低下させる為に固相重合を行ってよい。

#### 【0028】

前記溶融重縮合反応は、回分式反応装置で行っても良いしまた連続式反応装置で行っても良い。

これらいずれの方式においても、溶融重縮合反応は1段階で行っても良いし、また多段階に分けて行っても良い。

固相重合反応は、溶融重縮合反応と同様、回分式装置や連続式装置で行うことが出来る。

溶融重縮合と固相重合は連続で行っても良いし、分割して行ってもよい。

#### 【0029】

直接エステル化法による場合は、重縮合触媒としてGe、Sb、Tiの化合物が用いられるが、特にGe化合物またはこれとTi化合物の混合使用が好都合である。

#### 【0030】

Ge化合物としては、無定形二酸化ゲルマニウム、結晶性二酸化ゲルマニウム粉末またはエチレングリコールのスラリー、結晶性二酸化ゲルマニウムを水に加熱溶解した溶液またはこれにエチレングリコールを添加加熱処理した溶液等が使用されるが、特に本発明で用いるポリエステルを得るには二酸化ゲルマニウムを水に加熱溶解した溶液、またはこれにエチレングリコールを添加加熱した溶液を使用するのが好ましい。

これらの重縮合触媒はエステル化工程中に添加することができる。

Ge化合物を使用する場合、その使用量はポリエステル樹脂中のGe残存量として10~150ppm、好ましくは13~100ppm、更に好ましくは15~70ppmである。

#### 【0031】

Ti化合物としては、テトラエチルチタネート、テトライソプロピルチタネート、テトラ-n-プロピルチタネート、テトラ-n-ブチルチタネート等のテトラアルキル

to do condensation polymerization under vacuum to remove methyl alcohol, after ester exchange , It is produced by transesterification method which does condensation polymerization under vacuum.

Furthermore increasing intrinsic viscosity, acetaldehyde content etc it is possible to do solid phase polymerization in order to decrease.

#### 【0028】

Stripe which it is good doing with batch equipment it is with continuous reaction device it is good doing aforementioned melt condensation polymerization reaction.

And it is good regarding these whichever system doing melt condensation polymerization reaction with single step and, in addition dividing into multiple steps, it is good doing.

Similarity to melt condensation polymerization reaction, it does solid phase polymerization reaction, with batch equipment or continuous equipment, it ispossible .

melt condensation polymerization and solid phase polymerization are good doing with continuation and,dividing, it is possible to do.

#### 【0029】

With direct esterification when, it can use compound of Ge, Sb, Ti, as condensation catalyst, but especially Gecomponent or this and mixed use of Ticompound is the conducive.

#### 【0030】

As Gecomponent, solution which thermal decomposition is made water or solution etc which addition heat treatment does ethyleneglycol in this is used slurry、 crystalline germanium dioxide of amorphous germanium dioxide、 crystalline germanium dioxide powder or ethyleneglycol, but to obtain polyester which is used withespecially this invention, germanium dioxide solution、 which thermal decomposition is made thewater or it is desirable to use solution which it adds heats the ethyleneglycol in this.

It can add these condensation catalyst in esterification step.

When Gecomponent is used, amount used 10 - 150 ppm, preferably 13~100 ppm, furthermore is the preferably 15~70 ppm as Geresidual amount in polyester resin.

#### 【0031】

As Ticompound, you can list tetraethyl titanate, tetrakisopropyl titanate、 tetra-n- propyl titanate、 tetra-n-butyl titanate or other tetraalkyl titanate and those partially

チタネ-トおよびそれらの部分加水分解物、亜酸チタニル、亜酸チタニルアンモニウム、亜酸チタニルナトリウム、亜酸チタニルカリウム、亜酸チタニルカルシウム、亜酸チタニルストロンチウム等の亜酸チタニル化合物、トリメリット酸チタン、硫酸チタン、塩化チタン等が挙げられる。

Ti 化合物は、生成ポリマ-中の Ti 残存量として 0.1~10ppm の範囲になるように添加する。

#### 【0032】

Sb 化合物としては、三酸化アンチモン、酢酸アンチモン、酒石酸アンチモン、酒石酸アンチモンカリ、オキシ塩化アンチモン、アンチモングリコレート、五酸化アンチモン、トリフェニルアンチモン等が挙げられる。

Sb 化合物は、生成ポリマ-中の Sb 残存量として 50~250ppm の範囲になるように添加する。

#### 【0033】

また、安定剤として、磷酸、ポリ磷酸やトリメチルfosfate 等の磷酸エステル類等を使用するのが好ましい。

これらの安定剤はテレフタル酸とエチレングリコールのスラリー調合槽からエステル化反応工程中に添加することができる。

P 化合物は、生成ポリマ-中の P 残存量として 5~100ppm の範囲になるように添加する。

#### 【0034】

また、ポリエステル中に共重合した DEG 含量を制御するためにエステル化工程に塩基性化合物、たとえば、トリエチルアミン、トリ-n-ブチルアミン等の第 3 級アミン、水酸化テトラエチルアンモニウム等の第 4 級アンモニウム塩等を加えることが出来る。

#### 【0035】

本発明に用いられるポリエステル、特に、主たる繰り返し単位がエチレンテレフタレートから構成されるポリエステルの極限粘度は 0.50~1.30 デシリットル/グラム、好ましくは 0.55~1.20 デシリットル/グラム、さらに好ましくは 0.60~0.90 デシリットル/グラムの範囲である。

極限粘度が 0.50 デシリットル/グラム未満では、得られた成形体等の機械的特性が悪い。

また、1.30 デシリットル/グラムを越える場合は、成型機等による溶融時に樹脂温度が高くなつて熱分解が激しくなり、保香性に影響を及ぼす遊離の低分子量化合物が増加したり、成形体が黄色に着色する等の問題が起こる。

hydrolyzed product、oxalic acid titanyl、oxalic acid titanyl ammonium、oxalic acid titanyl sodium、oxalic acid titanyl potassium、oxalic acid titanyl calcium、oxalic acid titanyl strontium or other oxalic acid titanyl compound、titanium trimellitate、titanium sulfate、titanium chloride etc.

In order to become range of 0.1 - 10 ppm as Tiresidual amount in produced polymer, it adds Ticompound.

#### [0032]

As Sb compound, you can list antimony trioxide、antimony acetate、antimony tartrate、potassium antimony tartrate、antimony oxychloride、antimony glycolate、antimony pentoxide、triphenyl antimony etc.

In order to become range of 50 - 250 ppm as Sb residual amount in produced polymer, it adds Sb compound.

#### [0033]

In addition, it is desirable to use phosphoric acid、poly phosphoric acid and trimethyl phosphate or other phosphate ester etc as the stabilizer.

From slurry blending tank of terephthalic acid and ethyleneglycol it can add these stabilizer in esterification reaction process.

In order to become range of 5 - 100 ppm as Presidual amount in produced polymer, it adds Pcompound.

#### [0034]

In addition, basic compound、for example triethylamine、tri-n-butylamine or other tertiary amine、tetraethyl ammonium hydroxide or other quaternary ammonium salt etc is added to esterification step in order to control DEG content which is copolymerized in polyester it is possible .

#### [0035]

polyester、which is used for this invention especially, intrinsic viscosity of the polyester where main repeat unit is formed from ethylene terephthalate 0.50 - 1.30 deciliter/gram、preferably 0.55~1.20 deciliter/gram、furthermore is range of preferably 0.60~0.90 deciliter/gram.

intrinsic viscosity under 0.50 deciliter/gram, molded article or other mechanical property which is acquired is bad.

In addition, when it exceeds 1.30 deciliter/gram, resin temperature becoming high when melting, with such as molding machine thermal decomposition becomes extreme, free low molecular weight compound which exerts influence on fragrance retention increases, or other problem which

黄色に着色する等の問題が起こる。

[0036]

また本発明に用いられるポリエステル、特に、主たる繰り返し単位がエチレン-2、6-フタレートから構成されるポリエステルの極限粘度は0.40~1.00 デシリットル/グラム、好ましくは0.42~0.95 デシリットル/グラム、さらに好ましくは0.45~0.90 デシリットル/グラムの範囲である。

極限粘度が0.40 デシリットル/グラム未満では、得られた成形体等の機械的特性が悪い。

また、1.00 デシリットル/グラムを越える場合は、成型機等による溶融時に樹脂温度が高くなつて熱分解が激しくなり、保香性に影響を及ぼす遊離の低分子量化合物が増加したり、成形体が黄色に着色する等の問題が起こる。

[0037]

ポリエステルのチップの形状は、シリンダ-型、角型、または扁平な板状等の何れでもよく、その大きさは、縦、横、高さがそれぞれ通常1.6~3.5mm、好ましくは1.8~3.5mmの範囲である。

例えばシリンダ-型の場合は、長さは1.8~3.5mm、径は1.8~3.5mm程度であるのが実用的である。

また、チップの重量は15~30mg/個の範囲が実用的である。

[0038]

また、本発明に用いられるポリエステルのアセトアルデヒド含量は10ppm以下、好ましくは8ppm以下、更に好ましくは5ppm以下、ホルムアルデヒド含量は7ppm以下、好ましくは6ppm以下、更に好ましくは4ppm以下である。

本発明で用いられるポリエステルのアセトアルデヒド含有量を10ppm以下、またホルムアルデヒド含有量を7ppm以下にする方法は特に限定されるものではないが、例えば低分子量のポリエステルを減圧下または不活性ガス雰囲気下において170~230 deg Cの温度で固相重合する方法を挙げることが出来る。

[0039]

また、本発明に用いられるポリエステルに共重合されたジエチレングリコール量は該ポリエステルを構成するグリコール成分の1.0~5.0モル%、好ましくは1.3~4.5モル%、更に好ましくは1.5~4.0モル%である。

molded article colors to yellow happens.

[0036]

In addition polyester, which is used for this invention especially, the intrinsic viscosity of polyester where main repeat unit is formed from ethylene-2, 6-phthalate 0.40- 1.00 deciliter/gram, preferably 0.42~0.95 deciliter/gram, furthermore is range of preferably 0.45~0.90 deciliter/gram.

intrinsic viscosity under 0.40 deciliter/gram, molded article or other mechanical property which is acquired is bad.

In addition, when it exceeds 1.00 deciliter/gram, resin temperature becoming high when melting, with such as molding machine thermal decomposition becomes extreme, free low molecular weight compound which exerts influence on fragrance retention increases, or other problem which molded article colors to yellow happens.

[0037]

shape of chip of polyester, cylinder type, is good angular type, or flat platelet or other whichever, as for size, machine direction and transverse direction, height is range of each one usually 1.6 - 3.5 mm, preferably 1.8~3.5 mm.

In case of for example cylinder type, as for length as for 1.8 - 3.5 mm, diameters fact that they are 1.8 - 3.5 mm extent is practical.

In addition, weight of chip 15 - 30 mg/ range is practical.

[0038]

In addition, as for acetaldehyde content of polyester which is used for this invention 10 ppm or less, preferably 8 ppm or less, furthermore as for preferably 5 ppm or less, formaldehyde content 7 ppm or less, preferably 6 ppm or less, furthermore it is a preferably 4 ppm or less.

acetaldehyde content of polyester which is used with this invention 10 ppm or less, and the method which designates formaldehyde content as 7 ppm or less are not something which especially is limited. method which solid phase polymerization is done can be listed with temperature of 170-230 deg C polyester of for example low-molecular-weight in under vacuum or under the inert gas atmosphere.

[0039]

In addition, diethylene glycol quantity which is copolymerized in the polyester which is used for this invention 1.0 - 5.0 mole %, preferably 1.3~4.5 mole %, of glycol component which forms said polyester furthermore is preferably 1.5~4.0 mole %.

ジエチレングリコール量が 5.0 モル%を越える場合は、熱安定性が悪くなり、成型時に分子量低下が大きくなったり、またアセトアルデヒド含量やホルムアルデヒド含量の増加量が大となり好ましくない。

またジエチレングリコール含量が 1.0 モル%未満の場合は、得られた成形体の透明性が悪くなる。

#### [0040]

また、本発明に用いられるポリエステルの環状 3 量体の含有量は 0.50 重量%以下、好ましくは 0.45 重量%以下、さらに好ましくは 0.40 重量%以下である。

本発明のポリエステルから耐熱性の中空成形体等を成形する場合は加熱金型内で熱処理を行うが、環状 3 量体の含有量が 0.50 重量%以上含有する場合には、加熱金型表面へのオリゴマー付着が急激に増加し、得られた中空成形体等の透明性が非常に悪化する。

#### [0041]

ポリエステルは、環状三量体などのオリゴマー類が成形時に金型内面や金型のガスの排気口、排気管等に付着することによる金型汚れ等を防止するために、前記の溶融重縮合または固相重合の後に水との接触処理を行なう。

水との接触処理の方法としては、水中に浸ける方法が挙げられる。

水との接触処理を行う時間としては 5 分~2 日間、好ましくは 10 分~1 日間、さらに好ましくは 30 分~10 時間であり、水の温度としては 20~180 deg C、好ましくは 40~150 deg C、さらに好ましくは 50~120 deg C である。

#### [0042]

前記の条件において水処理したポリエステルチップは振動篩機、シモンカタ-などの水切り装置により水の分離処理を行い、乾燥工程へ移送される。

この移送時に付着水を伴ったポリエステルチップは輸送配管やローティフィーダー等の強制的チップ輸送手段と接触あるいは衝突して、チップ表面に衝撃を受ける。

また攪拌式乾燥機や回転式乾燥機において乾燥する場合は、ポリエステルチップは攪拌機や乾燥機の機壁と衝突して、同様にチップ表面に衝撃を受ける。

When diethylene glycol quantity exceeds 5.0 mole %, thermal stability becomes bad, molecular weight decrease becomes large at time of molding, in addition the increased weight of acetaldehyde content and formaldehyde content becomes with large and is notdesirable.

In addition when diethylene Glico - Lu content is under 1.0 mole %, transparency of molded article which is acquired becomes bad.

#### [0040]

In addition, content of cyclic trimer of polyester which is used for the this invention 0.50 weight % or less, preferably 0.45 weight % or less, furthermore is preferably 0.40 weight % or less.

When hollow molded article etc of heat resistance it forms from polyester of this invention, thermal processing is done inside heating mold, but when content of cyclic trimer 0.50 weight % or more it contains, oligomer deposit to heating mold surface increases suddenly, hollow molded article or other transparency which is acquired deteriorates very.

#### [0041]

polyester, in order to prevent mold fouling etc by fact that the annular trimer or other oligomers when forming deposits in mold inside surface and air outlet, exhaust pipe etc of the gas of mold, does contact process of water in aforementioned melt condensation polymerization or after solid phase polymerization.

As method of contact process of water, dampen け る you can listto-underwater method.

As time when contact process of water is done 5 min~2 day, preferably 10 min~1 day, furthermore with preferably 3 0 min~10 hours, 20 - 180 deg C, preferably 40~150 deg C, furthermore it is a preferably 50~120 deg C as temperature of water.

#### [0042]

In aforementioned condition polyester chip which water treatment is done does the separation of water with vibrating sieve, Simon cutter or other water cutting apparatus is transported to drying process.

polyester chip which accompanies deposited water this transport time transport pipe and rotary feeder or other forced chip transport means and contacting or colliding, or, receives impact to chip surface.

In addition when it dries in stirred type dryer and rotary dryer, polyester chip colliding with machine wall of stirrer and dryer, receives the impact to chip surface in same way.

このようにして付着水を大量に伴った状態で移送されたり、あるいは付着水を大量に伴った状態で乾燥処理工程に投入され、引き続き乾燥処理を受けたポリエステルは結晶化速度が非常に早くなり、該ポリエステルから得られた中空成形容器は、透明性が非常に悪くなることが判つた。

#### 【0043】

本発明は、処理槽から処理水と共にポリエスチルチップを排出させ、次いで該ポリエスチルチップから該処理水を分離処理してチップ付着水を10重量%以下、好ましくは5重量%以下、更に好ましくは3重量%以下に低減させて乾燥工程に送ることによって上記の問題点を解決するものである。

処理水を分離後のチップ付着水が10重量%を越える場合は、得られた中空成形体の透明性が非常に悪くなり、商品価値がなくなる。

#### 【0044】

以下に水処理後のポリエスチルチップ付着水を10重量%以下にする方法を例示するがこれらに限定されるものではない。

#### 【0045】

水処理後のポリエスチルチップ付着水を低減するため、乾燥工程までの工程で少なくとも1ヶ所以上に付着水を分離する装置を設置する。

付着水を分離する装置としては振動式篩分機、回分式遠心分離機、連続式遠心分離機、回分式遠心脱水機、連続式遠心脱水機、風力式脱水機等が挙げられる。

#### 【0046】

以下に水処理を工業的に行なう方法を例示するが、これに限定するものではない。

また処理方法は連続方式、バッチ方式のいずれであっても差し支えないが、工業的に行なうためには連続方式の方が好ましい。

#### 【0047】

ポリエスチルチップをバッチ方式で水処理をする場合は、サイロタイプの処理槽が挙げられる。

すなわち、バッチ方式でポリエスチルのチップをサイロへ受け入れ水処理を行なう。

あるいは回転筒型の処理槽にポリエスチルのチップを投入して水処理を行なう。

It is transported with state which accompanies deposited water the large scale, this way or it is thrown by drying process with state which accompanies deposited water large scale, as for polyester which continuously receives drying crystallization rate becomes very quick, as for hollow molded container which is acquired from said polyester, transparency becomes very bad, understood.

#### 【0043】

As for this invention, with treated water discharging polyester chip from treatment tank, separation doing said treated water next from said polyester chip, 10 weight % or less, preferably 5 weight % or less, furthermore decreasing chip deposited water below preferably 3 wt%, you send to drying process, it is something which solves above-mentioned problem with.

transparency of hollow molded article which when chip deposited water after separating exceeds 10 weight%, acquires treated water becomes very bad, commercial value is gone.

#### 【0044】

method which below designates polyester chip deposited water after water treatment as 10 weight % or less is illustrated, but it is not something which is limited in these.

#### 【0045】

In order to decrease polyester chip deposited water after water treatment, equipment which with step to drying process at least separates deposited water 1 places or more is installed.

You can list shaker type sieve classification machine and batch system centrifugal separator, continuous system centrifugal separator, batch system spin drying machine, continuous system spin drying machine, wind power type dewaterer etc as the equipment which separates deposited water.

#### 【0046】

method which below does water treatment in industrially is illustrated, but it is not something which is limited in this.

In addition processing method does not become inconvenient with whichever of continuous method, batch system. In order to do in industrially, continuous method is more desirable.

#### 【0047】

When water treatment is done with batch system, treatment tank of silo type can list polyester chip.

chip of polyester is accepted to silo with namely, batch system and the water treatment is done.

Or while accepting chip of polyester to treatment tank of

ップを受け入れ、回転させながら水処理を行ない水との接触をさらに効率的にすることもできる。

この場合、ポリエステルチップを処理槽内に投入、充填すると共に処理水を満たし、処理水は必要により継続的又は断続的(総称して連続的ということがある)に循環し、また、継続的又は断続的に一部の処理水を排出して新しい処理水を追加供給して水処理する。

そして、水処理終了後処理槽から処理水と共に排出したポリエステルチップを水分離装置に送り、チップ付着水を10重量%以下に低減させた後乾燥することによって上記の問題点を解決する。

#### 【0048】

当然のことながら前記の水分離装置でポリエス  
テルチップと分離された水はフィルタ-式濾過装  
置、遠心分離機や活性炭吸着装置、イオン交換  
装置等の装置へ送り、処理後再度水処理に用  
いることができる。

#### 【0049】

ポリエステルチップを連続的に水処理する場合  
は、塔型の処理槽に継続、あるいは断続的にポ  
リエステルチップを上部より受け入れ、並流又  
は向流で水を連続供給して水処理させることができ  
る。

そして、水処理終了後処理槽から排出するポリ  
エステルチップを水分離装置に送り、チップ付着  
水を10重量%以下に低減させた後乾燥すること  
によって上記の問題点を解決する。

#### 【0050】

水処理方法が連続的に、又はバッチ的のいづ  
れの場合であっても、処理槽から排出した処理  
水のすべて、あるいは殆どを工業排水としてし  
まうと、新しい水が多量に入用であるばかりでなく、  
排水量増大による環境への影響が懸念され  
る。

即ち、処理槽から排出した少なくとも一部の処  
理水を、水処理槽へ戻して再利用することによ  
り、必要な水量を低減し、また排水量増大によ  
る環境への影響を低減することが出来、さらには  
水処理槽へ返される排水がある程度温度を保  
持していれば、処理水の加熱量も小さく出来  
る。

rotating cylinder type, turning it does water treatment and it is possible also furthermore to designate contact with water as efficient.

In this case, as polyester chip inside treatment tank it throws and is filled, treated water is filled up, treated water circulates to continual or discontinuous (generic doing, you call continuous, is.) in accordance with necessary, in addition, discharging treated water of part in continual, or discontinuous adding supplying new treated water, the water treatment does.

And, with treated water polyester chip which is discharged is sent to water separation device from water treatment end post-treatment tank, chip deposited water after decreasing the above-mentioned problem is solved in 10 weight % or less it dries with.

#### 【0048】

obvious thing filter type filtration apparatus, centrifugal separator and activated charcoal adsorption device, sending to the ion exchange device or other equipment for water treatment water which polyester chip is separated with aforementioned water separation device for second time, after treating you can use.

#### 【0049】

When polyester chip water treatment it makes continuous, in treatment tank of column type it accepts polyester chip to continuation or discontinuous from upper part, the continuous feed does water with laminar flow and or countercurrent water treatment is possible.

And, polyester chip which is discharged from water treatment end post-treatment tank is sent to water separation device, chip deposited water after decreasing the above-mentioned problem is solved in 10 weight % or less it dries with.

#### 【0050】

water treatment method in continuous, or with whichever of batchwise, when the treated water which is discharged from treatment tank entirely, or majority is designated as industry wastewater, new water in large amount not only it is unnecessary, influence to environment feels concern with waste water increase.

Namely, resetting treated water of part which is discharged from the treatment tank, to water treatment tank at least, it decreases necessary water amount by reusing, in addition decreases influence to environment with the waste water increase it to be possible, if furthermore is returned wastewater which has kept certain extent temperature to water treatment tank, it can make also amount of heating of treated water small.

## 【0051】

しかし処理槽から排出される処理水には、処理槽にポリエスチルのチップを受け入れる段階で既にポリエスチルのチップに付着しているファインや、水処理時にポリエスチルのチップ同士あるいは処理槽壁との摩擦で発生するポリエスチルのファインが含まれている。

従つて、処理槽から排出した処理水を再度処理槽へ戻して再利用すると、処理槽内の処理水に含まれるファイン量は次第に増えしていく。

そのため、処理水中に含まれているファインが処理槽壁や配管壁に付着して、配管を詰まらせことがある。

また処理水中に含まれているファインが再びポリエスチルのチップに付着し、この後、水分を乾燥除去する段階でポリエスチルのチップにファインが静電効果により付着するため、乾燥後にファイン除去を行なっても除去が困難となる。

このファインには結晶化促進効果があるため、ポリエスチルの結晶性が促進されて、透明性の悪いボトルとなったり、また口栓部結晶化時の結晶化度が過大となり、口栓部の寸法が規格に入らなくなり口栓部のキャッピング不良となることがある。

## 【0052】

したがつて、水処理層へ供給または充填するポリエスチルチップのファイン含量を約300ppm以下、好ましくは100ppm以下、さらに好ましくは50ppm以下に制限することが望ましい。

## 【0053】

ファイン含量が300ppmを越える場合には、処理槽内の処理水中のファイン含有量が急激に増加するため配管を詰まらせたりするし、また処理後のポリエスチルチップに付着したファイン含量が多くなり、このファインの影響によって結晶性が促進され、透明性の悪いボトルしか得られなくなる。

## 【0054】

水処理槽に投入するポリエスチルチップのファイン量を減少させる方法としては、例えば固相重合後のポリエスチルチップを篩分工程や空気流によるファイン除去工程を通す方法が挙げられる。

## 【0055】

また本発明において、ポリエスチルチップの連続的投入による方法

## [0051]

But chip of polyester or fine of polyester which occurs inflection with treatment tank wall is included in treated water which is discharged from treatment tank, at time of fine and water treatment which with step which accepts chip of polyester to treatment tank have already deposited in chip of polyester.

Therefore, resetting treated water which is discharged from treatment tank to treatment tank for second time, when it reuses, fine quantity which is included in treated water inside treatment tank increases gradually.

Because of that, fine which is included in treated water depositing in treatment tank wall and pipe wall, it plugs pipe, is.

In addition fine which is included in treated water deposits again in chip of polyester, in order after this, with step which it dries removes moisture fine to deposit in chip of polyester with electrostatic effect, after drying removing fine, removal becomes difficult.

Because there is a crystallization promotion effect in this fine, crystalline of polyester being promoted, it becomes bottle where transparency is bad, in addition degree of crystallization at time of mouth part crystallization becomes excessive, the dimension of mouth part stops entering to standard, capping defect of mouth part becomes is.

## [0052]

Therefore, to water treatment layer fine content of polyester chip which it supplies or is filled, or approximately 300 ppm or less, preferably 100 ppm or less, furthermore is restricted in the preferably 50 ppm or less is desirable.

## [0053]

When fine content exceeds 300 ppm, because fine content in treated water inside treatment tank increases suddenly, it can plug pipe and, the fine content which in addition deposits in polyester chip after treating to become many, to be promoted, only bottle where transparency is bad be able to acquire crystalline with influence of this fine, it becomes.

## [0054]

method which passes through fine removal process with sieve classification step and air stream can list polyester chip after for example solid phase polymerization as method which decreases the fine quantity of polyester chip which is thrown to water treatment tank.

## [0055]

It is desirable in addition regarding to this invention, in case

続式水処理法の場合は処理槽からポリエスチルチップと共に排水する処理水の微粉量を1000ppm以下、好ましくは500ppm以下、さらに好ましくは300ppm以下に維持しながら処理槽から排出される処理水の一部を処理槽に戻して繰り返し使用するのが望ましい。

またバッチ式水処理法の場合は、水処理の終了時点での水中の微粉量は1000ppm以下、好ましくは500ppm以下、さらに好ましくは300ppm以下にするように処理槽から排出された処理水の少なくとも一部を処理槽に戻して繰り返し使用する。

ここで、微粉量は下記の測定法によって求めたものである。

#### 【0056】

処理槽内の処理水の微粉量の増加を抑えるために、処理槽から排出した処理水が再び処理槽に返されるまでの工程で少なくとも1ヶ所以上にファインを除去する装置を設置する。

ファインを除去する装置としてはフィルター濾過装置、膜濾過装置、沈殿槽、遠心分離器、泡沫同伴処理機等が挙げられる。

例えばフィルター濾過装置であれば、方式としてベルトフィルター方式、バッグフィルター方式、カートリッジフィルター方式、遠心濾過方式等の濾過装置が挙げられる。

中でも連続的に行うにはベルトフィルター方式、遠心濾過方式、バッグフィルター方式の濾過装置が適している。

またベルトフィルター方式の濾過装置であれば濾材としては、紙、金属、布等が挙げられる。

またファインの除去と処理水の流れを効率良く行なうため、フィルターの目のサイズは5~100μm、好ましくは10~70μm、さらに好ましくは15~40μmがよい。

#### 【0057】

ポリエスチルチップを工業的に水処理する場合、処理に用いる水が大量であることから天然水(工業用水)や排水を再利用して使用することが多い。

通常この天然水は、河川水、地下水などから採取したもので、水(液体)の形状を変えないまま、殺菌、異物除去等の処理をしたものと言う。

of the continuous system water treatment method of polyester chip while from treatment tank with polyester chip 1000 ppm or less, preferably 500 ppm or less, furthermore maintaining powder amount of treated water which wastewater it doesin preferably 300 ppm or less, resetting portion of treated water which is discharged from treatment tank to treatment tank, repetitive use to do.

In addition in case of batch type water treatment method, in order 1000 ppm or less, preferably 500 ppm or less, furthermore tomake preferably 300 ppm or less, treated water which is discharged from treatment tank resettingpart to treatment tank at least, repetitive use it does underwater powder amount with finish time of water treatment.

Here, powder amount is something which was sought with below-mentioned measurement method .

#### 【0056】

Until in order to hold down increase of powder amount of treated water inside treatment tank, treated water which is discharged from treatment tank isreturned to treatment tank again, equipment which with step at leastremoves fine 1 places or more is installed.

You can list filtration device, membrane filtration device and precipitation tank、 centrifuge、 foam associated processor etc as equipment which removes fine.

If it is a for example filtration device, you can list belt filter system、 bag filter system、 cartridge filter system、 centrifugal filtration system or other filtration apparatus as the system.

Even among them to do in continuous, belt filter system、 centrifugal filtration system, filtration apparatus of the bag filter system is suitable.

In addition if it is a filtration apparatus of belt filter system, you can list paper、 metal、 fabric etcas filter material.

In addition in order to flow removal of fine and treated water efficiently, size of eye of filter 5 - 100;μm、 preferably 10~70 ;μm、 furthermore preferably 15~40 ;μm is good.

#### 【0057】

When polyester chip water treatment it makes industrially, reusing natural water (industrial water ) and wastewater from fact that water which is used for treatment is large scale, uses is many.

Usually this natural water being something which recovers from river water、 underground water etc,means that it does way and sterilization、 foreign matter removal or other treatment which do not change the shape of water (liquid ).

また、一般に工業的に用いられる天然水には、自然界由来の、ケイ酸塩、アルミニケイ酸塩等の粘土鉱物を代表とする無機粒子や細菌、バクテリア等や、腐敗した植物、動物に起源を有する有機粒子を多く含有している。

これらの天然水を用いて水処理を行うと、ポリエスチルチップに粒子が付着、浸透して結晶核となり、このようなポリエスチルチップを用いた中空成形容器の透明性が非常に悪くなる。

#### 【0058】

したがって、ポリエスチルチップを水処理するために系外から導入する水として、粒径  $1\text{--}25 \mu\text{m}$  の粒子を  $10\text{--}50000$  個/ $10\text{cc}$  含む水を利用する必要がある。

処理水中の粒径  $25 \mu\text{m}$  を越える粒子は、特に規定するものではないが、好ましくは 2000 個/ $10\text{cc}$  以下、より好ましくは 500 個/ $10\text{cc}$  以下、さらに好ましくは 100 個/ $10\text{cc}$ 、特に好ましくは 10 個/ $10\text{cc}$  以下である。

#### 【0059】

なお、処理中の粒径  $1 \mu\text{m}$  未満の粒子に関しては、本発明で特に規定するものではないが、透明な樹脂や適正な結晶化速度の樹脂を得るために、少ない方が好ましい。

粒径  $1 \mu\text{m}$  未満の粒子数としては好ましくは 100000 個/ $10\text{cc}$  以下、より好ましくは 50000 個/ $10\text{cc}$  以下、さらに好ましくは 20000 個/ $10\text{cc}$  以下、特に好ましくは 10000 個/ $10\text{cc}$  以下である。

$1 \mu\text{m}$  以下の粒子を水中から除去、コントロールする方法としてはセラミック膜、有機膜等の膜を用いた精密濾過法や限外濾過法、等を用いることができる。

#### 【0060】

以下に水処理に用いる、粒径  $1\text{--}25 \mu\text{m}$  の粒子を  $10\text{--}50000$  個/ $10\text{cc}$  含む水を得る方法を例示する。

水中の粒子数を 50000 個/ $10\text{cc}$  以下にする方法としては、工業用水等の自然水を処理槽に供給するまでの工程の少なくとも 1ヶ所以上に粒子を除去する装置を設置する。

好ましくは自然界の水の採取口から、前記した処理槽、処理槽から排水した水を再度処理槽に戻す配管、ファイン除去装置等、水処理に必要な付帯設備を含めた処理装置に至るまでの間

In addition, inorganic particle and bacterium、bacteria etc which make, silicate、aluminosilicate or other clay mineral of natural world derivation typical and, organic particle which possesses origin in plant、animal which spoilage is done is contained mainly in natural water which is used for industrially generally.

When water treatment is done making use of these natural water, in polyester chip the particle depositing and permeating it becomes crystal nucleus, transparency of the hollow molding container which uses this kind of polyester chip becomes very bad.

#### 【0058】

Therefore, as water which is introduced in order water treatment to do polyester chip from outside the system, water which  $10\text{--}50000 / 10\text{cc}$  includes particle of particle diameter  $1\text{--}25 \mu\text{m}$  is utilized is necessary.

particle which exceeds particle diameter  $25 \mu\text{m}$  in treated water is not something which especially is stipulated. preferably 2000 /  $10\text{cc}$  or less, more preferably 500 /  $10\text{cc}$  or less, furthermore preferably 100 /  $10\text{cc}$ , particularly preferably 10 / they are 10  $\mu\text{m}$  or less.

#### 【0059】

Furthermore, it is not something which especially is stipulated with this invention in regard to particle under particle diameter  $1 \mu\text{m}$  in the treated water. In order to obtain resin of transparent resin and proper crystallization rate, less one isdesirable.

preferably 100000 /  $10\text{cc}$  or less, more preferably 50000 /  $10\text{cc}$  or less, furthermore preferably 20000 /  $10\text{cc}$  or less, particularly preferably 10000 / they are 10  $\mu\text{m}$  or less as number of particles under particle diameter  $1 \mu\text{m}$ .

precision filtration method and ultrafiltration method、etc which use ceramic membrane、organic film or other film as method which particle of  $1 \mu\text{m}$  or less it removes from underwater and controls can be used.

#### 【0060】

method which obtains water which it uses for water treatment below,  $10\text{--}50000 / 10\text{cc}$  includes particle of particle diameter  $1\text{--}25 \mu\text{m}$  is illustrated.

Until industrial water or other natural water is supplied to treatment tank as method which designates underwater number of particles as 50000 /  $10\text{cc}$  or less, equipment which removes particle at least 1 places or more of step is installed.

From recovery mouth of water of preferably natural world, before from the treatment tank、treatment tank which was inscribed, until treatment apparatus which such as pipe、fine removal apparatus which for second time resets water which

に粒子を除去する装置を設置し、処理装置に供給する水中の、粒径 1~25 μm の粒子の含有量を 10~50000 個/10cc にすることが好ましい。

処理槽内の処理水の粒子を除去する装置としては前記の水中のファイン除去装置を使用することができる。

#### [0061]

また天然水には、Na、Mg、Ca 等の金属イオンを大量に含んでいる場合があり、このような天然水を用いて水処理を行うと、これらがポリエスチルチップに付着、浸透して結晶化促進剤として作用し、このようなポリエスチルチップを用いた中空成形容器の透明性が非常に悪くなる。

したがって、天然水を水処理に使用する場合は、イオン交換装置等によってこれらの金属イオンを約 1.0mg/リットル以下に低減させておくことが必要である。

#### [0062]

また、一般的に工業用に用いられる天然水には、前記の細菌、バクテリア等や、腐敗した植物、動物に起源を有する有機化合物等を多く含有している。

これらの細菌、バクテリアあるいは有機化合物は、好気性の条件下でアンモニアや亜硝酸、硝酸に酸化される。

これらの天然水を用いて水処理を行うと、これらの窒素化合物がポリエスチルチップに付着し、異味、異臭の原因となり、このようなポリエスチルチップを用いた中空成形容器の内容物の風味や香りが非常に悪くなることが判った。

なお、処理水中のアンモニアおよび硝酸の含量は、アンモニア性窒素および硝酸性窒素の含量として測定される。

#### [0063]

本発明においては、連続方式の場合は処理槽からポリエスチルチップと共に排出する処理水のアンモニア性窒素の含量を 0.5mg/リットル以下、硝酸性窒素の含量を 1mg/リットル以下に維持し、またバッチ方式の場合は水処理終了時の処理槽中の処理水のアンモニア性窒素の含量を 0.5mg/リットル以下、硝酸性窒素の含量を 1mg/リットル以下に維持することによって上記の問題点を解決する。

wastewater is done to treatment tank includes attached facility which is necessary for water treatment the equipment which removes particle between is installed, particle content of the underwater, particle diameter 1~25 ;mu m which is supplied to treatment apparatus is designated as 10 - 50000 / 10 cc, it is desirable .

Aforementioned underwater fine removal apparatus can be used as equipment which removes particle of treated water inside treatment tank.

#### [0061]

In addition when, there are times when Na、Mg、Ca or other metal ion is included in the large scale in natural water , they do water treatment making use of this kind of natural water, these depositing and permeating to polyester chip, it operates as crystallization promotor, transparency of hollow molding container which uses this kind of polyester chip becomes very bad.

Therefore, when natural water is used for water treatment, with ion exchange deviceetc these metal ion are decreased in approximately 1.0 mg/liter or less, it is necessary .

#### [0062]

In addition, aforementioned bacterium、bacteria etc and, organic compound etc which possesses origin in plant, animal which spoilage is done is contained mainly in natural water which generally is used for industrial.

These bacterium、bacteria or organic compound under condition of aerobic oxidation-make ammonia and nitrous acid、nitric acid.

When water treatment is done making use of these natural water, these nitrogen compound depositin polyester chip, become cause of odd flavor、unusual odor, flavor and the fragrance of contents of hollow molding container which uses this kind of polyester chip become very bad, understood .

Furthermore, ammonia in treated water and content of nitric acid are measured as content of ammonia nitrogen and nitrate type nitrogen.

#### [0063]

Regarding to this invention, in case of continuous method from treatment tank with the polyester chip content of ammonia nitrogen of treated water which is discharged it maintains content of 0.5 mg/liter or less、nitrate type nitrogen in 1 mg/liter or less, in addition in case of batch system content of ammonia nitrogen of treated water in treatment tank at time of water treatment end content of 0.5 mg/liter or less、nitrate type nitrogen it solves above-mentioned problem in 1 mg/liter or less it maintains ...

with .

**[0064]**

また本発明においては、系外から導入する水のアンモニア性窒素の含量を 0.01~0.5mg/リットル、および硝酸性窒素の含量を 0.01~1mg/リットルに維持することも必要である。

**[0065]**

以下に処理槽内の処理水のアンモニアや硝酸等の含量を低減させる方法を例示するが、本発明のポリエステルを製造するために使用される方法は、これに限定するものではない。

**[0066]**

処理水のアンモニアや硝酸等の含量を低減させるためには、処理槽に新たに供給される工業用水が処理槽に送られるまでの工程において少なくとも 1ヶ所以上に有機物、アンモニアや硝酸等を除去する装置を設置する。

また、更に処理槽から排出した処理水が再び処理槽に返されるまでの工程や処理槽内にも少なくとも 1ヶ所以上に有機物、アンモニアや硝酸等を除去する装置を設置してもよい。

有機物、アンモニアや硝酸等を除去する装置としては、脱気装置、イオン交換装置や活性炭吸着装置などが挙げられる。

**[0067]**

系外から大量に導入する処理水のアンモニア性窒素や硝酸性窒素の含量をそれぞれ 0.01mg/リットル未満にするためには、水を蒸留したり、逆浸透膜による濾過を繰り返す必要があり、これでは水のコストが高くなり、経済的に好ましくない。

**[0068]**

水処理後、処理水を分離したポリエステルチップには処理水が付着しており、この処理水には上記のように、微粉、処理水由来の金属類、粒子等が含まれており、処理水の付着量が多くなると必然的に乾燥後のポリエステルチップにこれら不純物が多くなり、これが原因となって、透明性が劣ったり、異味異臭が発生したり、口腔部の結晶化速度が早すぎたり、着色がある様なボトルとなると考えられる。

本願発明の方法により、これらの問題を防ぐことができる。

**[0069]**

**[0064]**

In addition regarding to this invention, content of ammonia nitrogen of the water which it introduces from outside the system as much as 0.01 - 0.5 are mg/liter, and maintaining content of nitrate type nitrogen in 0.01 - 1 mg/liter necessary.

**[0065]**

ammonia of treated water inside treatment tank and method which decreases nitric acid or other content are illustrated below, but method which is used in order to produce polyester of this invention is not something which is limited in this.

**[0066]**

In order to decrease ammonia of treated water and nitric acid or other content, until the industrial water which is supplied to treatment tank anew is sent to treatment tank, the equipment which at least removes organic matter, ammonia and nitric acid etc 1 places or more in step is installed.

In addition, until furthermore treated water which is discharged from the treatment tank is returned to treatment tank again, it is possible to install the equipment which even inside step and treatment tank at least removes the organic matter, ammonia and nitric acid etc 1 places or more.

You can list outgassing equipment, ion exchange device and activated charcoal adsorption device etc as equipment which removes organic matter, ammonia and nitric acid etc.

**[0067]**

In order ammonia nitrogen of treated water which from outside the system is introduced into large scale and to make content of nitrate type nitrogen respectively under 0.01 mg/liter, it is necessary to distill water, to repeat filtration with reverse osmosis membrane, with this cost of water becomes high, is not desirable in economical.

**[0068]**

After water treatment, treated water has deposited in polyester chip which separates treated water, when in this treated water as described above, metals, particle etc of fine powder, treated water derivation is included, amount of deposition of treated water becomes many, these impurity to become many inevitably in polyester chip after drying, this becoming cause, transparency being inferior, odd flavor unusual odor occurs, crystallization rate of mouth part is too quick, it is thought that it becomes kind of bottle which is coloration.

With method of invention of this application, these problems are prevented, it is possible.

**[0069]**

ポリエステルチップの乾燥は通常用いられるポリエステルチップの乾燥処理を用いることができる。

連続的に乾燥する方法としては上部よりポリエステルチップを供給し、下部より乾燥ガスを通気するホッパー型の通気乾燥機が通常使用される。

乾燥ガス量を減らし、効率的に乾燥する方法としては回転ディスク型加熱方式の連続乾燥機が選ばれ、少量の乾燥ガスを通気しながら、回転ディスクや外部ジャケットに加熱蒸気、加熱媒体などを供給した粒状ポリエステルチップを間接的に乾燥することができる。

#### 【0070】

バッチ方式で乾燥する乾燥機としてはダブルコーン型回転乾燥機が用いられ、真空中であるいは真空中少量の乾燥ガスを通気しながら乾燥することができる。

あるいは大気圧下で乾燥ガスを通気しながら乾燥してもよい。

乾燥ガスとしては大気空気でも差し支えないが、ポリエステルの加水分解や熱酸化分解による分子量低下を防止する点からは乾燥窒素、除湿空気が好ましい。

#### 【0071】

##### 【実施例】

以下本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

なお、本明細書中における主な特性値の測定法を以下に説明する。

#### 【0072】

##### (1)ポリエステルの極限粘度(IV)

1,1,2,2-テトラクロロエタン/フェノール(2:3 重量比)混合溶媒中 30 deg C の溶液粘度から求めた。

#### 【0073】

##### (2)密度

四塩化炭素/n-ヘプタン混合溶媒の密度勾配管で 25 deg C で測定した。

#### 【0074】

##### (3)ポリエステルの環状 3 量体の含量

試料をヘキサフルオロイソプロパノール/クロロフ

As for drying polyester chip drying of polyester chip which usually, is used can be used.

polyester chip is supplied from upper part as method which is dried in continuous, gas permeation dryer of hopper type which gas permeation does dry gas is usually used from bottom.

To decrease dry gas amount, continuous dryer of rotating disk type heating system being chosen while as method which is dried in efficient, gas permeation doing dry gas of trace, it can dry granular polyester tip/chip which supplies rotating disk and heated vapor, heated medium etc to outside jacket in indirect.

#### [0070]

It can use double cone rotating dryer as dryer which is dried with batch system, while or gas permeation doing dry gas of trace under vacuum under the vacuum; it can dry.

Or while gas permeation doing dry gas under atmospheric pressure, it is possible to dry.

It does not become inconvenient even with atmospheric air as dry gas. dry nitrogen, dry air is desirable from point which prevents molecular weight decrease with hydrolysis and thermooxidative decomposition of polyester.

#### [0071]

##### [Working Example(s)]

Below this invention is explained concretely with Working Example, but this invention is not something which is limited in these Working Example.

Furthermore, measurement method of main property value in this specification is explained below.

#### [0072]

##### intrinsic viscosity of (1) polyester (IV )

1, 1, 2 and 2 -tetrachloroethane/phenol it sought from solution viscosity with 30 deg C in (2: 3 weight ratio ) mixed solvent.

#### [0073]

##### (2) density

With density gradient tube of carbon tetrachloride/n-heptane mixed solvent it measured with 25 deg C.

#### [0074]

##### content of cyclic trimer of (3) polyester

It melts sample in hexafluoroisopropanol/chloroform mixed

オルム混合液に溶解し、さらにクロロフォルムを加えて希釈する。

これにメタノールを加えてポリマ-を沈殿させた後、濾過する。

濾液を蒸発乾固し、ジメチルフォルムアミドで定容とし、液体クロマトグラフ法よりエチレンテレフタレート単位から構成される環状 3 量体を定量した。

#### 【0075】

##### (4) フайнの含量測定

JIS-Z8801 による 36 メッシュの標準篩いを用い、1000kg のサンプルを篩い分け、篩を通過したフайнの量を秤量し含量を求める。

#### 【0076】

##### (5) チップ付着水分量

試料約 10g をガラス容器に入れ、真空乾燥機中で約 105 deg C で 7 時間加熱処理し、処理前後の重量減少量を求めて算出する。

#### 【0077】

##### (6) ヘイズ(霞度%)

中空成形容器の胴部(肉厚約 4mm)より試料を切り取り、東洋製作所製ヘイズメータ-で測定。

#### 【0078】

##### (7) 処理水中の微粉量(ppm)

処理槽の処理水中の排出口から JIS 規格 20 メッシュのフィルターを通過した処理水を 1000cc 採取し、岩城硝子社製 1G1 ガラスフィルターで濾過後、100 deg C で 2 時間乾燥し室温下で冷却後、重量を測定して算出する。

#### 【0079】

##### (8) 水中の粒子径および粒子数測定

光遮光式の粒子測定器パシフィックサイエンティフィックカンパニー社製 HIAC/ROYCO.カウンター4100 型、サンプラー3000 型を用いて測定した。

#### 【0080】

##### (実施例 1)

ISP 社製の GAF フィルターバッグ PE-1P2S(ポリエステルフェルト、濾過精度 1 μ m)である水中の

solution, it dilutes furthermore including the chloroform.

polymer after precipitating, is filtered in this including the methanol.

evaporating and drying to solid it did filtrate, made constant volume with dimethyl formamide, quantification it did cyclic trimer which is formed from ethylene terephthalate unit from the liquid chromatography method.

#### [0075]

##### content measurement of (4) fine

sample of 1000 kg quantity of fine which passes the sieve classification, sieve measured weight is done with JIS-Z8801 making use of standard sieve of 36 mesh, and content is sought.

#### [0076]

##### (5) chip amount of adsorbed water

You insert sample approximately 10 g in glass container, in vacuum dryer 7 hours heat treatment do with approximately 105 deg C, seek weight reduction of pre- and post-treatment and calculate.

#### [0077]

##### (6) haze (haze%)

shank part of hollow molding container (thickness approximately 4 mm ) from it cuts off sample, measures with Toyo Seisakusho make haze meter.

#### [0078]

##### powder amount in (7) treated water (ppm )

treated water which passes filter of JIS standard 20 mesh from outlet in the treated water of treatment tank 1000 cc it recovers, with Iwaki Glass supplied 1G1 glass filter afterfiltering, 2 hours dries with 100 deg C and after cooling, measures weight under room temperature and calculates.

#### [0079]

##### (8) underwater particle diameter and number of particles measurement

It measured making use of particle measuring apparatus Pacific scientific company supplied Hiac/Royco. counter 4100 type and sampler 3000 type of optical light blocking type.

#### [0080]

##### (Working Example 1 )

inlet of deionized water which installs underwater particle removal apparatus (9) which is a GAFfilter bag PE-1P2S

粒子除去装置(9)を設置し、この装置(9)を経由したイオン交換水の導入口(8)、処理槽上部の原料チップ供給口(1)、処理槽の処理水上限レベルに位置するオーバーフロー排出口(2)、処理槽下部のポリエステルチップと処理水の混合物の排出口(3)、オーバーフロー排出口から排出された処理水と、処理槽下部の排出口から排出されたポリエステルチップの水切り装置である(連続式遠心分離機)(4)を経由した処理水が、濾材が紙製の30μmのベルト式フィルターである濾過装置(5)を経由して再び水処理槽へ送る配管(6)、これらのファイン除去済み処理水の導入口(7)およびファイン除去済み処理水中のアセトアルデヒドやグリコール等を吸着処理させる吸着塔(10)を備えた内容量320リットルの塔型の、図1に示す処理槽を使用してポリエチレンテレフタレート(以下、PETと略称)チップを水処理した。

水処理装置のイオン交換水の導入口(8)で採取した水中の粒径1~25μmの粒子含有量は約2500(個/10cc)であった。

#### [0081]

固相重合後のポリエステルチップを篩分工程を通過させて得た、ファイン含量が約10ppmであり、極限粘度が0.74デシリットル/グラム、密度が1.399g/cm<sup>3</sup>、環状3量体含量が0.30重量%であるPETチップを処理水温度95degCにコントロールされた水処理槽へ50kg/時間の速度で処理槽の上部(1)から連続投入を開始した。

投入開始から5時間経過後に、PETチップの水処理槽への投入を続けたまま水処理槽の下部(3)からPETチップを50kg/時間の速度で処理水ごと抜出しを開始すると共に、風力を利用した連続式遠心脱水装置(4)を経由した処理水を濾過装置(5)を経由して再び水処理槽に戻して繰り返し使用を開始した。

100時間連続運転後の水処理したPETチップを連続式遠心脱水装置(4)で処理水の分離処理を行い、チップ付着水分量を約0.8重量%に低減した後、ホッパ-タイプの連続式乾燥機により約130degCの除湿空気により乾燥した。

なお、処理槽より排出する処理水中の微粉量は約80ppmであった。

上記のPETチップを減圧乾燥し、名機製作所製M-100射出成形機によりボトルの予備成形体を

(polyester felt、filter precision 1;μm) of ISP supplied, goes by way of this equipment (9) (8), starting material chip supply port of treatment tank upper part (1), overflow outlet which is position of treated water upper limit level of treatment tank (2), polyester chip of treatment tank bottom and outlet of blend of treated water (3), treated water which is discharged from overflow outlet and, treated water which goes by way of (continuous system centrifugal separator) (4) which is a water cutting apparatus of polyester chip which is discharged from outlet of treatment tank bottom, pipe which again is sent to water treatment tank via filtration apparatus (5) where filter material is the belt type filter of 30;μm of paper (6), inlet of these fine removal being completed treated water (7) and using treatment tank which is shown, in Figure 1 of column type of capacity 320 liter which has adsorption column (10) which adsorption does acetaldehyde and glycol etc in fine removal being completed treated water water treatment it did polyethylene terephthalate (Below, PET and abbreviation) chip.

particle content of underwater particle diameter 1~25;μm which recovers with the inlet (8) of deionized water of water treatment device was approximately 2500 (/ 10 cc ).

#### [0081]

Passing sieve classification step, it acquired polyester chip after solid phase polymerization, fine content being approximately 10 ppm, intrinsic viscosity 0.74 deciliter/gram, density PET chip where 1.399 g/cm<sup>3</sup>, cyclic trimer content are 0.30 weight% to water treatment tank which is controlled to treated water temperature 95 deg.C with velocity of 50.kg/hr.started continual throwing from upper part (1) of treatment tank.

Again from start of throwing 5 hours lapses later, while throwing to water treatment tank of PET chip was continued PET chip as every treated water it starts extract with velocity of 50 kg/hr, resetting treated water which goes by way of continuous system centrifugal dewatering device (4) which utilizes wind power to water treatment tank from bottom (3) of water treatment tank via filtration apparatus (5), it started repetitive use.

water treatment of 100 hour continuous operation later PET chip which is done it did separation of treated water with continuous system centrifugal dewatering device (4), after decreasing chip amount of adsorbed water in approximately 0.8 weight%, it dried with continuous system dryer of hopper type with the dry air of approximately 130 deg C.

Furthermore, powder amount in treated water which is discharged was approximately 80 ppm from treatment tank.

reduced pressure drying it did above-mentioned PET chip, premolded article of bottle it formed Meiki Co. Ltd. (DB

成形した。

射出成形温度は 295 deg C とした。

次にこの予備成形体の口栓部を、近赤外線ヒーター方式の自家製口栓部結晶化装置で加熱して口栓部を結晶化した。

次にこの予備成形体を COPOPLAST 社製の LB-01E 成形機で縦方法に約 2.5 倍、周方向に約 5 倍の倍率に二軸延伸ブローし、容量が 2000cc の容器を成形した。

延伸温度は 100 deg C にコントロールした。

得られた容器のヘイズは 0.8%で優れた透明性を示す。

#### 【0082】

##### (実施例 2)

実施例 1において使用した PET を実施例 1と同一装置により、同一条件下で連続的に水処理後、脱水条件を変更してチップ付着水分量を約 2.3%量%にした以外は同様にして処理した。

実施例と同一方法、同一条件で得られた容器のヘイズは、1.0%で優れた透明性を示す。

#### 【0083】

##### (実施例 3)

実施例 1において使用した PET を実施例 1と同一装置により、同一条件下で連続的に水処理後、チップ付着水分量を約 1.0 重量%以下に低減した後、バッチ方式のダブルコーン型回転式乾燥機により約 130 deg C で乾燥した。

実施例と同一方法、同一条件で得られた容器のヘイズは、1.3%で優れた透明性を示す。

#### 【0084】

##### (比較例 1)

実施例 1と同様にして固相重合した PET チップを実施例 1と同様の方法及び条件下で水処理した。

水処理後の PET チップを実施例 1と同じ連続式遠心分離機で処理し、チップ付着水分量を約 20 重量%にした後、ホッパータイプの連続式乾燥機

69-073-1195 ) make with M-100 injection molding machine . injection molding temperature made 295 deg C.

Heating mouth part of this premolded article, next with homemade mouth part crystallization equipment of near infrared radiation heater system, crystallization it did mouth part.

This premolded article with LB-01Emolding machine of COPOPLAST supplied in vertical method inaproximately 2.5 times、 circumferential direction biaxial drawing blowing was designated next as magnification ofapproximately 5 times, volume formed container of 2000 cc.

It controlled drawing temperature in 100 deg C.

haze of container which it acquires shows transparency which issuperior in 0.8%.

#### [0082]

##### (Working Example 2 )

Under identical condition after water treatment, modifying dehydration condition in continuous the PET which is used in Working Example 1 with same equipment as Working Example 1,other than approximately 2.3% quantity % doing chip amount of adsorbed water, it treatedin same way.

Same method as Working Example. haze of container which is acquired with identical condition shows the transparency which is superior in 1.0%.

#### [0083]

##### (Working Example 3.)

PET which is used in Working Example 1 was dried with approximately 130 deg C after decreasing chip amount of adsorbed water in approximately 1.0 weight % or less, with the double cone type rotary dryer of batch system in continuous with same equipment as Working Example 1,under identical condition after water treatment.

Same method as Working Example. haze of container which is acquired with identical condition shows the transparency which is superior in 1.3%.

#### [0084]

##### (Comparative Example 1 )

PET chip which solid phase polymerization is done water treatment was done under methods and conditions which is similar to Working Example 1 to similar to Working Example 1.

It treated PET chip after water treatment with same continuous system centrifugal separator, as Working Example 1 after designating chip amount of adsorbed water as

により約 130 deg C で乾燥した。

実施例 1 と同一方法、同一条件で得られた容器のヘイズは、8.7%と悪かった。

#### 【0085】

##### (比較例 2)

実施例 1 において使用した PET を実施例 1 と同一装置により、同一条件下で連続的に水処理後、チップ付着水分量を約 13 重量%にした後、バッチ方式のダブルコーン型回転式乾燥機により約 130 deg C で乾燥した。

実施例 1 と同一方法、同一条件で得られた容器のヘイズは、17.3%と非常に悪かった。

#### 【0086】

##### 【発明の効果】

本発明は、ポリエステルチップ及び処理水を処理槽に供給してポリエステルチップを水処理するポリエステルの製造方法であって、処理槽から処理水と共にポリエステルチップを排出させ、次いで該ポリエステルチップから該処理水を分離処理してチップ付着水を 10 重量%以下に低減させて乾燥工程に送ることにより、ボトルの透明性や口栓部結晶化コントロール性が良好で、成形時の金型汚れを発生させにくいポリエステルが得られる。

付着水が多い場合は、水分離処理後のチップ輸送工程や乾燥工程等においてチップ表面に受ける衝撃による結晶化速度が非常に早くなり、得られたボトルの透明性が非常に悪くなるので、該付着水分量を 10 重量%以下に低下させることによりボトルの透明性の改良がはかられる。

##### 【図面の簡単な説明】

##### 【図1】

本発明のポリエステルの製造方法に用いる装置の概略図。

##### 【符号の説明】

1

原料チップ供給口

10

吸着塔

approximately 20 weight% , it dried with approximately 130 deg C with continuous system dryer of hopper type.

Same method as Working Example 1. haze of container which is acquired with identical condition 8.7% was bad.

#### [0085]

##### (Comparative Example 2 )

PET which is used in Working Example 1 was dried with approximately 130 deg C after designating chip amount of adsorbed water as approximately 13 wt% , with the double cone type rotary dryer of batch system in continuous with same equipment as Working Example 1,under identical condition after water treatment.

Same method as Working Example 1. haze of container which is acquired with identical condition 17.3% % withwas very bad.

#### [0086]

##### [Effects of the Invention]

As for this invention, supplying polyester chip and treated water to treatment tank, with manufacturing method of polyester which water treatment it does polyester chip, with the treated water discharging polyester chip from treatment tank, next from said polyester chip the separation doing said treated water, decreasing chip deposited water in 10 weight % or less, transparency and mouth part crystallization control characteristic of bottle being satisfactory by sending to drying process, Generating mold fouling when forming, difficult polyester is acquired.

When deposited water is many, crystallization rate to become very quick with impact which is received to chip surface in chip transport step and drying process etc after water separation treating, because transparency of bottle which is acquiredbecomes very bad, improvement of transparency of bottle is measured said amount of adsorbed water by decreasing to 10 weight % or less.

##### [Brief Explanation of the Drawing(s)]

##### [Figure 1]

conceptual diagram。 of equipment which is used for manufacturing method of polyester of the this invention

##### [Explanation of Symbols in Drawings]

1

starting material chip supply port

10

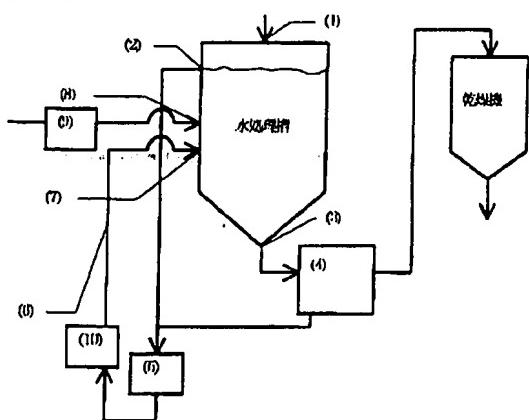
adsorption column

2	2
オーバーフロー排出口	overflow outlet
3	3
ポリエステルチップと処理水との排出口	outlet of polyester chip and treated water
4	4
連続式遠心脱水装置	continuous system centrifugal dewatering device
5	5
ファイン除去濾過装置	fine removal filtration apparatus
6	6
配管	pipe
7	7
処理水導入口	treated water inlet
8	8
イオン交換水導入口	deionized water inlet
9	9
粒子除去装置	particle removal apparatus

**Drawings**

【図1】

[Figure 1]



X  
 XX  
 X XX X X X X X X

**【手続補正書】【提出日】**

平成 12 年 7 月 10 日(2000.7.10)

2000 July 10 days (2000.7.10)

**【手続補正 1】【補正対象書類名】**

明細書

specification

## 【補正対象項目名】

特許請求の範囲

Claims

## 【補正方法】

変更

Modification

## 【補正内容】

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】処理層中でポリエステルチップを水処理した後、ポリエステルチップと処理水を分離処理した後、ポリエステルチップを乾燥させるポリエステルの製造方法において、乾燥工程に送られるポリエステルチップの付着水を 10 重量%以下に低減させて乾燥工程に送ることを特徴とするポリエステルの製造方法。

【請求項 2】請求項 1 に記載のポリエステルの製造方法であって、処理槽から排出された処理水の少なくとも一部を処理槽に戻して繰り返し使用することを特徴とするポリエステルの製造方法。

【請求項 3】請求項 1 に記載のポリエステルの製造方法であって、処理槽から排出された処理水を処理槽に戻さずに排出することを特徴とするポリエステルの製造方法。

【請求項 4】ポリエステルチップを、処理槽に継続的に、または間欠的に供給し、抜き出すことを特徴とする請求項 1、2、3 のいずれかに記載のポリエステルの製造方法。

【請求項 5】ポリエステルチップの全量を処理層に充填し、水処理終了後ポリエステルチップの全量を抜き出すことを特徴とした請求項 1、2、3 のいずれかに記載のポリエステルの製造方法

【請求項 6】処理槽からの処理水の排出および排出した処理水の処理槽への戻りが継続的、または間欠的であることを特徴とする請求項 2 に記載のポリエステルの製造方法。

【請求項 7】分離処理装置から排出されたファインを含有する処理水を、ベルトフィルター方式の濾過装置により濾過することによりファインを除去した後、処理槽に戻して繰り返し使用することを特徴とする請求項 1、2、3、4、5 又は 6 のいずれかに記載のポリエステルの製造方法。

【請求項 8】分離処理装置から排出されたファインを含有する処理水を、バグフィルター方式の濾過装置により濾過することによりファインを除

## [Claim(s)]

After water treatment doing polyester chip in {Claim 1 } treated layer, after separation doing polyester chip and treated water, decreasing deposited water of polyester chip which is sent to drying process in manufacturing method of polyester which dries polyester chip, in 10 weight % or less, manufacturing method. of polyester which you send to drying process and make feature

With manufacturing method of polyester which is stated in {Claim 2 } Claim 1 , treated water which is discharged from treatment tank resetting part to treatment tank atleast, manufacturing method. of polyester which repetitive use it does and makes feature

With manufacturing method of polyester which is stated in {Claim 3 } Claim 1 , without resetting treated water which is discharged from treatment tank to treatment tank,it discharges, manufacturing method. of polyester which is made feature

manufacturing method。 of polyester which is stated in any of Claim 1、2, 3 where {Claim 4 } polyester chip, or intermittently-it supplies to continual,-to-treatment tank, extracts and makes feature

manufacturing method of polyester which is stated in any of Claim 1、2, 3 where total amount of {Claim 5 } polyester chip it is filled in treated layer, after water treatment ending extracts total amount of polyester chip and makes feature

Return to treatment tank of treated water which it discharges and discharges and of treated water from {Claim 6 } treatment tank are continual、 or the intermittent and manufacturing method。 of polyester which is stated in Claim 2 which is made feature

After removing fine by filtering treated water which contains the fine which is discharged from {Claim 7 } separation device, due to filtration apparatus of belt filter system, resetting to treatment tank, manufacturing method。 of polyester which is stated in any of Claim 1、2、3、4、5 or 6 which repetitive use it does and makes feature

After removing fine by filtering treated water which contains the fine which is discharged from {Claim 8 } separation device, due to filtration apparatus of bag filter system,

去した後、処理槽に戻して繰り返し使用することを特徴とする請求項 1、2、3、4、5 又は 6 のいずれかに記載のポリエステルの製造方法。

【請求項 9】 ポリエステルが、極限粘度 0.55~1.30 デシリットル/グラムの主たる繰り返し単位がエチレンテレフタレートから構成されるポリエステルであることを特徴とする請求項 1、2、3、4、5、6、7 又は 8 のいずれかに記載のポリエステルの製造方法。

【請求項 10】 ポリエステルが、主たる繰り返し単位がエチレンナフタレートから構成されるポリエステルであることを特徴とする請求項 1、2、3、4、5、6、7 又は 8 のいずれかに記載のポリエステルの製造方法。

resetting to treatment tank, manufacturing method。 of polyester which is stated in any of Claim 1、2、3、4、5 or 6 which repetitive use it does and makes feature

{Claim 9 } polyester, is polyester where main repeat unit of intrinsic viscosity 0.55~1.30 deciliter/gram is formed from ethylene terephthalate and manufacturing method。 of polyester which is stated in any of Claim 1、2、3、4、5、6、7 or 8 which is made feature

{Claim 10 } polyester, is polyester where main repeat unit is formed from the ethylene naphthalate and manufacturing method。 of polyester which is stated in any of the Claim 1、2、3、4、5、6、7 or 8 which is made feature